

Japan Patent Office
Patent Publication Gazette

Patent Publication No. 61-058432
Date of Publication: December 11, 1986
International Class(es): C04B 35/52
B23B 27/14

(10 pages in all)

Title of the Invention: Sintered Body for Tool and Method of
Producing the Same
Patent Appln. No. 53-022333
Filing Date: February 28, 1978
Inventor(s): Shuji YAZU
Akio HARA
Applicant(s): Sumitomo Electric Industries, Ltd.

(transliterated, therefore the
spelling might be incorrect)

⑫ 特 許 公 報 (B 2)

昭61-58432

⑪ Int. Cl.⁴C 04 B 35/52
B 23 B 27/14

識別記号

庁内整理番号

7158-4G
6642-3C

⑬公告 昭和61年(1986)12月11日

発明の数 3 (全10頁)

⑭発明の名称 工具用焼結体およびその製造方法

審 判 昭60-92

⑮特 願 昭53-22333

⑯公 開 昭54-114513

⑰出 願 昭53(1978)2月28日

⑱昭54(1979)9月6日

⑲発 明 者 矢 津 修 示 伊丹市昆陽字宮東1番地 住友電気工業株式会社伊丹製作
所内⑳発 明 者 原 昭 夫 伊丹市昆陽字宮東1番地 住友電気工業株式会社伊丹製作
所内

㉑出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

㉒代 理 人 弁理士 上代 哲司

審判の合議体 審判長 岩間 芳雄 審判官 和田 泰 審判官 吉見 京子

㉓参考文献 特公 昭49-7311(JP, B1) 特公 昭52-38049(JP, B2)

米国特許3515524(US, A)

1

2

㉔特許請求の範囲

1 圧力45Kb以上、温度1200℃以上のダイヤモンドが熱力学的に安定な超高压、高温下で焼結された1μ以下のダイヤモンドが容量で95~30%を占め、残りが1μ以下のWCを主体とする炭化物結合相からなる工具用焼結体。

2 1μ以下のダイヤモンドが容量で95~30%を占め、残りが1μ以下のWCと同一結晶構造を有する(MoW)C炭化物結合相からなる特許請求の範囲第1項記載の工具用焼結体。

3 圧力45Kb以上、温度1200℃以上のダイヤモンドが熱力学的に安定な超高压、高温下で焼結された1μ以下のダイヤモンドが容量で95~30%を占め、残りが1μ以下のWCもしくはこれと同一結晶構造を有する(MoW)C炭化物を主成分とする超合金結合相からなり、鉄族金属が焼結体中で15重量%以下であることを特徴とする工具用焼結体。

4 WCもしくはこれと同一結晶構造を有する(MoW)Cを主成分とする超合金ボール、同じくこの超合金を内張りしたポットを用いて必要ならばWCもしくは(MoW)C炭化物粉末を加えダイヤモンド粉末を粉砕し、同時にボールと内張材とから摩耗によつて混入した微細超合金粉末

を附加し、これ等の粉末を1μ以下に粉砕したのち、これを粉状でもしくは型押成型し、真空中で300℃以上の温度に加熱脱ガスしたのち、圧力45Kb以上、温度1200℃以上の熱力学的にダイヤモンドが安定な高温、高压下でホットプレスすることを特徴とする1μ以下のダイヤモンドが容量で95~30%を占め、残りが1μ以下のWCもしくは(MoW)Cを主成分とする結合相からなる工具用焼結体の製造方法。

10 発明の詳細な説明

現在非鉄合金やプラスチック、セラミックの切削に、ダイヤモンドが70容量%を越し結合材としてCoを主成分とする金属が用いられた焼結体部が超合金母材上に接合された工具材が市販されている。この工具材は価格が高いにもかかわらずSiを多く含むAl合金や硬度の高い銅合金などの切削工具として一部好評を博している。

本発明者らはこの工具材についてその特性などを種々調査した。この工具材で切削加工用のバイトを作成し、前記したような材料を実際に切削してみると、確かに耐磨耗性の点においては従来用いられてきた超合金製のバイトに比較してはるかに優れており、また衝撃に対しては天然ダイヤモンドの単石から加工されたバイトに比較して強

3

刃である特徴を有している。

しかしこのような特徴を持つ反面、例えば非鉄合金を切削した場合の被加工面を観察すると、天然ダイヤモンド砥石工具に比較して面粗度が粗く、特に美麗な面粗度が要求される部品材料の加工には適さないことが判った。

また時計部品等の小物、薄肉の被加工物を切削加工する場合、切削抵抗が大きく加工物が変形したり、寸法精度が維持できないといった問題点がある。この理由について検討した結果次のことが判明した。

第1図は現在市販されている超微粒WC基超硬合金で製作したバイトの刃先顕微鏡写真である。

第2図は前述した市販のダイヤモンド焼結体を加工して作成したバイトの刃先顕微鏡写真である。両者を比較して判るように市販のダイヤモンド焼結体で作成したバイトでは切刃部が鋭く一直線ではなく、微細な欠けが多い。このダイヤモンド焼結体は被研削加工性が極めて悪い。実際にこれを用いてバイトを作成する場合はダイヤモンド砥石を使用して行うが、研削抵抗が高く、短時間で砥粒が目つぶれを起して切れ味が悪くなり、鋭い刃先形状に加工することは極めて困難である。

第3図はこのダイヤモンド焼結体の顕微鏡組織写真を示したものであるが、3~10 μ の粒子径を有するダイヤモンドが相互に接合した組織を呈している。このような粒度のダイヤモンド焼結体をダイヤモンド砥石で研削すると切刃部のダイヤモンド粒子は破壊されてとても鋭い刃先は得られない。特に前述したような切削抵抗を極力小さくする為に、バイト刃先角度ですくい面と逃げ面の両平面のなす角度が90°以下の正のすくい角を持つような刃先形状が必要な場合は、この市販のダイヤモンド焼結体では満足な刃先加工ができない。

市販のダイヤモンド焼結体工具材には、第4図の如く粒度が約60 μ のダイヤモンド粒子からなるものもある。これは主に線引きダイスとして現在使用されている。発明者等はこの粗粒の焼結体についても線引きダイスとしての性能を調べた。

従来、超硬合金製の線引きダイスを用いていた分野で使用してみて耐磨耗性が著しく改良される例がいくつか得られたが、また問題点も明らかになった。これは例えば線引き加工された線の表面に傷が残るといった問題である。第5図、第6図

4

にその一例を示した。第5図は天然ダイヤモンドの単石で製作したバイトを用いて線引きした直径0.5mmの銅線の表面状態を示すもので、第6図は前述の市販のダイヤモンド焼結体を用いて製作したダイスで、同一条件で線引きした場合の表面状態である。

両者を比較して明らかなように、市販のダイヤモンド焼結体のダイスでは線の表面傷が非常に多い。この原因を調べる為に使用後のダイス内面を観察してみたところ、第7図に示すように焼結されたダイヤモンド粒子の一部が破壊して欠け落ちており、このような欠陥部に線引きされる金属が咬込んで傷の原因となるものと推定された。

以上述べたような市販のダイヤモンド焼結体工具材の問題点を克服した新規な工具用焼結体を開発すべく種々検討した結果、発明者等は焼結中のダイヤモンド粒子の粒度を極めて微細にすることによつてこれ等の問題点が解消できると考え、このような焼結体を試作してみた。

ダイヤモンド焼結体の製法としては、例えば日本特許公告昭39-20483号に示されているようなダイヤモンド粉末とダイヤモンドを溶解する鉄族金属等の粉末を混合してダイヤモンドが安定な高温、高圧条件下でホットプレスする方法がある。発明者等は先ずこの方法で粒度1 μ 以下の微細なダイヤモンド粉末とカーボニルNi粉末とを混合して超高圧下で焼結してみた。この場合ち密な焼結体は得られたが、焼結体の組織を観察すると組織中の全面においてダイヤモンド粒子の異常な粒成長が見られ500 μ を越える粒子が多量存在していた。発明者等は更に原料ダイヤモンド粒子の粒度を種々変えて、また焼結温度圧力条件を変えて検討した。その結果この方法では原料ダイヤモンド粒子の粒度が3 μ 以上であれば、このような異常粒成長を生じることなく充分ち密な焼結体を得られるが、ダイヤモンド原料粉末の粒度が1 μ 以下となると、ち密な焼結体を得る条件下では必ず粒成長を生じ、均一な微細ダイヤモンド粒子のみからなる焼結体は製造できないことが判明した。

また、別の製法として日本特許公告昭52-12126号に述べられたものがあり、これは現在市販されている切削工具用のダイヤモンド焼結体の製法であると見なされる。この方法ではダイヤモンド粉末を超硬合金からなる母材と接して容器内

5

に充填し、高温、高圧下で超硬合金母材からCo-W-Cの共晶組成液相をダイヤモンド粉末中に溶浸せしめることにより焼結する方法である。

発明者等は実際に粒度1 μ 以下のダイヤモンド原料粉末を使用してWC-6%Co超硬合金製の円板に接してこれを充填し、超高圧下で焼結してみた。得られた焼結体の超硬合金に接した面を観察したところ、第8図に示したように数百 μ に異常粒成長したダイヤモンドが多数観察された。この場合も焼結温度条件等を種々変えてみたが、ち密な焼結体が得られる条件下では必ずこのような異常粒成長が見られた。

以上のことから従来公知の方法では粒度1 μ 以下の微細なダイヤモンド粒子からなる均一な組織を有する焼結体は製造困難であることが判明した。

発明者等は引続いて微細なダイヤモンド粒子からなる焼結体の製法を研究した。その結果ダイヤモンドの結合材としてWCを主成分とする炭化物もしくは更にこれに鉄族金属を含有する超硬合金を用いた場合、目的とする焼結体が得られることを見出した。

WCを結合材として選んだのは次のような理由による。まずダイヤモンド焼結体の工具材料としての特徴はダイヤモンドの有する非常に高い硬度、剛性率、耐磨耗性及びあらゆる材料の中で最も高い熱伝導率などを生かすことにある。しかしダイヤモンドのみからなる焼結体を得るには焼結に必要とされる圧力が100Kb以上、温度が2500°C以上と極めて高く工学的に困難な要素が多い。この為適当な結合材を用いて超高圧焼結するのであるが、ここで使用する結合材の選択にも上記したようなダイヤモンドの有する優れた特性を害わないものを選ぶ必要がある。WCはダイヤモンドやCBN（立方晶窒化硼素）について高い剛性率を有する物質で、また熱伝導率も高い。

この他ダイヤモンドと複合焼結体を作る上で重要な要素となる熱膨脹係数も殆んどダイヤモンドに近い値を有しており、焼結体中に不都合な内部残留応力を残さない点でも優れた結合材物質である。耐磨耗性の点で言えば勿論Co等の金属結合材よりは優れているが、耐熱性や高温での耐磨耗性の点では他の化合物に劣る場合もある。

しかしダイヤモンドも高温下では不安定であ

6

り、この点を考えると結合材の耐熱性はそれほど重要ではない。以上のことからWCはダイヤモンド焼結体の結合材として特に適したものと言うことができる。

WC以外にこれに類した特性を有するものとしてWの一部または大部分をMoで置換して得られるWCと同一結晶構造を有する(MoW)Cがある。発明者等の一人は別の研究者と共にこの化合物を使用した超硬合金について詳細な特性の研究を行い、例えば(Mo₇W₃)Cや(Mo₅W₅)Cで表わされる炭化物の硬度、剛性率、耐磨耗性、熱伝導率、熱膨脹係数等の特性がWCと殆んど類似していることを確認した。以下の説明ではWCに限って述べるが、本発明ではWCと全く同様の(MoW)C炭化物を用いることができる。

本発明の工具用焼結体は1 μ 以下のダイヤモンド粒子が1 μ 以下のWCを主成分とする炭化物で結合された均一な組織を有する焼結体である。硬質成分であるダイヤモンド粒子が極めて微細な均一に分散している為に研削してバイトに仕立てると、その刃先は極めて鋭い凹凸のないものが得られる。その一例を第9図に示した。これはダイヤモンドの含有量が容量で60%、残部が1 μ 以下のWCからなる焼結体である。第10図は顕微鏡組織写真を示したものである。このように研削による刃立性の良いものを得るためには結合材中のWCも1 μ 以下のものとする必要がある。

本発明の焼結体を切削工具として使用する場合刃立性が良く、美麗な被加工面が得られると共に、結合材が強靱なWCであることから鋭い刃先角度にしても欠損が少なく、切削抵抗を軽減せしめて超硬合金工具として同様な刃先形状で使用する為に、その使用分野は一挙に拡大される。

本発明の焼結体中のダイヤモンド含有量は容量で95~30%であり、用途に応じて変え得る。特に強靱性が必要とされ、耐磨耗性を多少犠牲にして使用する断続切削加工用の工具では結合材量の多い方を選択する。ダイヤモンド含有量が30%未満では本発明の焼結体の如く超高圧装置を用いて製造する工具の価格と寿命の点からメリットは少ないようである。

線引きダイスとして本発明の焼結体を使用すると、先ずダイスの仕上加工面が極めて平滑なものが得られ、線引きの際の抵抗が少なく、細径の比

較的強度の低い金属線の線引きでも問題なく行うことができ、またダイヤモンド粒子の破壊や脱落が生じ難く極めて美しい被加工面が得られる。

さて、本発明の組成の焼結体で何故1 μ 以下の超微粒のダイヤモンド粒子からなる均一な組織の焼結体が得られるかであるが、これは次の如く推定される。ダイヤモンド粒子は極めて高硬度で変形し難い。従つて超高压下で圧縮してもダイヤモンド粒子のみでは粒子間に空隙が残る。ダイヤモンド粒子が微粒であるほど空隙率は増す。前述した特公昭39-20483号もしくは特公昭52-12126号の方法で試作した焼結体はいずれもダイヤモンド原料粉末の粒度が微細なほど焼結体中の結合金属量は増やす必要があるか、または結果として増える。これ等の方法によるダイヤモンド焼結体の焼結はダイヤモンドの炭素と鉄属金属との共晶組成液相を介して行われ、共晶組成液相中にダイヤモンドが溶解、析出することで進行する。特に微細なダイヤモンド粒子では表面エネルギーが大であり粒成長を生じ易いことは一般の液相焼結の場合と同様であろう。ダイヤモンドが焼結する場合に異常な粒成長を生じる場合は、ダイヤモンド粒子の周囲にこれに接してダイヤモンドを溶解するに充分な量の液相と粒成長を阻害するような他の物質が存在しない条件下で起ると思われる。

本発明の焼結体では前記した1 μ 以下の微細なダイヤモンド粒子間の空隙を微細なWCが埋めており、これを超高压下で焼結することによつて特に液相の存在を必要とせず完全に密な焼結体を得ることができる。このようにダイヤモンドの粒成長が生じる必要条件である液相が存在せず、またダイヤモンド粒子間にWCの粒子が介在することによりダイヤモンドの焼結時における粒成長は完全に抑制される。場合によつてはダイヤモンド粒子の結合材としてWCと共にこれに極く少量の鉄族金属を含むWC基の超硬合金を用いても良い。この場合は焼結時においては超硬合金中の鉄族金属を含む少量の液相で充分に密な焼結体を得られる。

また超硬合金中のWC粒子はダイヤモンド粒子相互の完全な接合を阻害し、粒成長を抑制する。ダイヤモンドとWCの接合は強固であり、強靱な超硬合金を結合材として超微粒のダイヤモンド焼結体を得られる。

本発明の実施に当つてこのようなミクロン以下のダイヤモンド結晶、WC結晶とから合金が構成される時には、超硬合金製ボール及び超硬合金で内張したポットを用いて両者を湿式ボールミル混合することが便利である。又湿式ボールミルとはほぼ同じ作用をするアトライターや振動ミルを用いても良い。

ダイヤモンドは硬いからボールや内張りからかなり多量の磨耗粉が混入する。これをそのまま結合材成分として利用すれば便利である。特にボールと内張りを結合材を構成しようとする超硬合金と同じ組成としておけばより便利である。

本発明の焼結体では前記した如く焼結中の液相量を必要最小限にすることが望ましく、また結合材は剛性を必要とするので余りに金属成分が多いことは好ましくない。Coの場合焼結体の重量で15%位が限度である。必ずしもCoでなくても良くNiやFeあるいはCo、Ni、Feの合金であつても良い。WCが主成分でなくても良いがWCのもつ強靱性や熱伝導率が高いといった優れた特性を利用するという立場からWCを用いることが最も好ましい。

WCの一部を置換する他の炭化物としてTiC、ZrC、HfC、TaC、NbC等が使用できる。

本発明の焼結体の原料ダイヤモンド粉末としては市販されているラッピング加工用の天然もしくは人造のダイヤモンドパウダーを使用することができる。原料ダイヤモンドの粒度は1 μ 以上のものを使用して前記した如く超硬合金製のボール、ポットを用いて粉碎して使用しても良い。

本発明の如く微細な1 μ 以下のダイヤモンド粉末とWCを均一に混合することが必要な場合は、前述した如くボールミルによる方法が最も適しているが、この場合は超硬合金製のボール、ポットを用いてもその超硬合金に含まれる少量の結合金属が混入することになる。焼結時におけるダイヤモンドの粒成長を抑制するには前述した如くこの金属混入量を最小限にすることが望ましく、この混入量が多い場合はダイヤモンドとWCの粉碎混合后これを塩酸溶液中で金属成分を溶解除去することができる。

本発明の焼結体のホットプレス条件はダイヤモンドが安定な高温、高压下で行う必要がある。この領域はBerman-Simonの平衡線として良く知

られている。第11図はこのダイヤモンド熱力学的安定領域を示している。本発明の焼結体はこのダイヤモンドの安定領域において圧力45Kb以上、温度1200℃以上で焼結する。このような高圧、高温条件で焼結することにより、ダイヤモンドと炭化物を主体とする結合相の間に強固な冶金学的な結合が生じ、目的とする焼結体を得られる。さて本発明の焼結体の焼結に当つてはダイヤモンド及び結合材中のWCの粒成長を極力抑制する必要がある。実験によると結合材中にWCと共に少量のCo、Fe、Ni等の鉄属金属が存在すると焼結温度が高過ぎる場合はこの両者はやはり粒成長する傾向が見られる。目的とする1μ以下のダイヤモンドとWCからなる超微粒の焼結体を安定して製造できる条件は、使用した結合材超硬合金中の鉄族金属とWCダイヤモンドにより生じる共晶組成液相の出限温度以上で、これを100℃以上上回らない範囲である。金属成分を酸洗除去した場合は更に高温でも焼結時の粒成長は生じない。

本発明の使用原料粉末は極めて微細であるため吸着ガス量が多い。従つて通常300℃以上の温度で真空中で加熱脱ガス后焼結する必要がある。300℃未満の温度で脱ガスする場合は長時間を必要とする為实际的でない。

以下実施例を述べる。

実施例 1

粒度1μ以下の超微粒のダイヤモンドパウダーを用い、WC-7%Co超硬合金製のボールと同一組成の超硬合金で内張されたポットを使用してアセトンを溶媒にして粉碎した。ダイヤモンドの投入量は5gであつたが40時間粉碎したところ重量は8.3gに増加していた。この増加分がポットとボールより混入した超硬合金の微細な粉末である。これよりこの粉末の組成を推定すると容量で80%のダイヤモンドを含んでいる。この粉末を走査型電子顕微鏡を用いて観察したところ全部が1μ以下の極めて微細な粉末からなることが判つた。この粉末を型押、成型して厚さ1.5mm、外径10mmの円板とした。

これを真空炉中で1000℃まで加熱して脱ガスした。脱ガス后超高压装置を用いて55Kb、1370℃で10分間保持して焼結した。

得られた焼結体をダイヤモンドペーストを用いて研磨して組織を調べたところ、1μ以外のダイ

ヤモンド粒子と1μ以下のWCからなる極めて微細な粒子の焼結体であつた。これを切断して1片を鋼製のシャンクにロウ付けし、刃先をダイヤモンド砥石で研削した。同様の形状の市販ダイヤモンド焼結体を用いて比較用のバイトを作成した。

研磨された刃先を観察したところ市販ダイヤモンド焼結体は刃先に巾10μ前後の研削中に欠け落ちた部分が多く認められた。双方のバイトで電動機の鋼合金製のコミューターを切削した。切削速度は400m/分で、切込み0.5mm、送り0.05mm/回転で切削した。本発明の焼結体を用いたものは2000ヶ切削した状態で被加工材の表面粗さは最大粗さ1.3μであつたが、市販のダイヤモンド焼結体は切削初期より最大粗さ2.6μで、500ヶ切削后3.9μに達した。

実施例 2

実施例1と同様のダイヤモンド原料粉末と超硬合金製のボールとポットを用い120時間粉碎した。5g投入したダイヤモンド粉末は14.2g増加しており全体で19.2gとなつていた。これより粉末の組成を推定すると、容量で60%のダイヤモンドと残部がWC-7%Coからなるものである。これを希塩酸溶液を用いて金属成分を酸洗除去した。

この粉末を型押成型后、実施例1と同様に加熱脱ガスした。別にWC-10%Coの厚み3mm、直径10mmの円板とMo製の厚さ0.05mm、直径10mmの円板を用意した。脱ガスしたダイヤモンドを含む型押体に接してMo円盤を置き、その下に超硬合金の円板を配置して、この全体を超高压装置に入れ実施例1と同一条件で焼結した。焼結体を切断して断面を観察すると厚さ1mmの超微粒のダイヤモンドを含有する焼結体がMoの炭化物からなる厚さ50μの中間層を介して超硬合金円板に強固に接合していた。ダイヤモンド焼結体部の顕微鏡組織写真が第10図に示したものである。この焼結体と市販の粒度が3~10μのダイヤモンド焼結体を用いてバイトを作成し、Al-18%Si合金製の長さ方向にスリットを有する丸棒を切削加工した。

切削速度は500m/分で、切込み0.13mm、送り0.05mm/回転で切削した。本発明の焼結体は30分切削後の逃げ面磨耗巾は0.15mmで正常な磨耗であつた。市販のダイヤモンド焼結体は30分切削后、逃げ面に巾0.5mmのチッピングが生じていた。被削材の仕上げ面は切削初期で本発明の焼結体は最

大粗さ 1.6μ であり、市販のダイヤモンド焼結体では 2.6μ であつた。

実施例 3

粒度 $3\sim 6\mu$ のダイヤモンド粉末を実施例1と同様の方法で5時間粉碎したものと25時間粉碎したものを作成した。前者はWC-7%Co超硬合金を重量で32.1%含有しており、容量で約90%のダイヤモンドを含有する。後者は重量で86.5%の超硬合金を含有しており、容量で40%のダイヤモンドを含む。この両者の粉末を用いて実施例1と同様にして直径 3mm 、厚さ 1.5mm の焼結体を得た。組織をみるといずれも 1μ 以下のダイヤモンドとWC粒子からなることが確認された。これを直径 0.5mm の穴径のダイスに加工した。また市販の約 60μ の粗粒ダイヤモンドの焼結体で同様のダイスを製作した。被加工材としてAl線を用い、スピンドル油を潤滑剤として各ダイスの線引き時の引抜き力を測定した。

市販ダイヤモンド焼結体の場合は $15.1\text{kg}/\text{mm}^2$ であつたのに対して本発明の90%のダイヤモンド含有率のものは $12.1\text{kg}/\text{mm}^2$ と小さく、また40%のダイヤモンド含有率のものは $13.8\text{kg}/\text{mm}^2$ の値であつた。また線引きされた線の表面状態を比較すると、市販のダイヤモンド焼結体の場合よりも表面のスジ状の傷が大巾に少なくなつており、特にダイヤモンド含有量の多い方は表面傷が少なかった。

実施例 4

(Mo_7W_3) C-10%Co-5%Ni合金からなるボールとポットを用いて実施例1で用いたダイヤモンド粉末 4g と粒度 3μ のTaC粉末を 1g 加え120時間粉碎した。粉碎後の重量は 15g であつた。

これを実施例2と同様にして混入した金属成分を酸洗除去した。この粉末は容量でダイヤモンド65%、(Mo_7W_3) C32%、TaC3%を含むものである。この粉末を実施例2と同様にして超硬合金製円板にMo炭化物の中間層を介して接合した焼結体を作成した。焼結条件は55Kb、 1450°C で10分間保持した。得られた焼結体の組織はやはり 1μ 以下の微粒ダイヤモンドと 1μ 以下の(Mo_7W_3) C及び少量のTaCからなる均一な組織

の超微粒合金であつた。

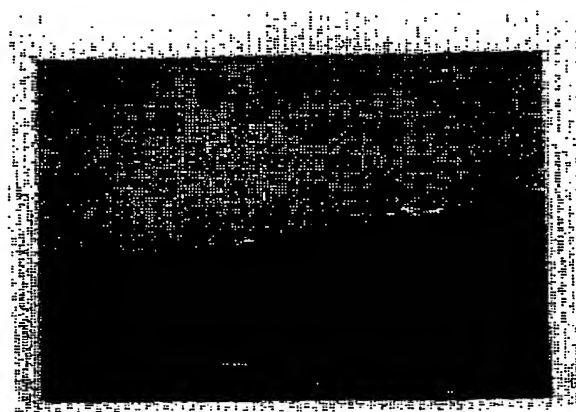
図面の簡単な説明

第1図は本発明の効果を説明する為のもので、市販されている超微粒WC基超硬合金で製作したバイトの刃先を拡大した顕微鏡写真である。第2図は市販されている粒度 $3\sim 10\mu$ のダイヤモンドの焼結体で製作したバイトの刃先を拡大した顕微鏡写真である。第3図は第2図に示した市販のダイヤモンド焼結体の顕微鏡組織写真である。灰色の粒子がダイヤモンドの結晶で、白色に見える部分がCoを主体とする金属結合相である。第4図はダイスに使用される市販のダイヤモンド焼結体の顕微鏡組織写真である。灰色の相互に結合した粒子がダイヤモンドの結晶で、粒度は約 60μ である。白色の部分がCoを主体とする金属からなる結合材である。第5図は天然ダイヤモンドの単石を用いたダイスで線引き加工された 0.5mm 径の鋼線の表面状態を示す顕微鏡写真である。第6図は市販のダイヤモンド焼結体で作成したダイスを用いて、第5図に示したものと同一条件で線引き加工された鋼線の表面状態の顕微鏡写真である。第7図は市販のダイヤモンド焼結体で作成したダイスの使用後のダイス内面を示した顕微鏡写真である。灰色粒子がダイヤモンドで、周囲の細く黒い輪郭は粒界、他の黒い部分はダイヤモンドの抜け落ちた跡である。第8図は本発明の効果を説明する為のもので、本発明によらない公知の方法で焼結した微粒ダイヤモンド焼結体の顕微鏡組織写真である。数百 μ に異常成長したダイヤモンド結晶が多数見られる。第9図は本発明による超微粒ダイヤモンド焼結体を用いて、第2図に示した市販ダイヤモンド焼結体の場合と同一条件で研削加工して製作したバイトの刃先状態を示す顕微鏡写真である。極めて鋭い切刃が得られている。第10図は本発明の焼結体の顕微鏡組織写真である。灰色の微細な粒子がダイヤモンドで白色の結合材部が 1μ 以下のWCからなる。第11図は本発明焼結体の製造条件を説明するためのもので、ダイヤモンドが熱力学的に安定な領域を示している。



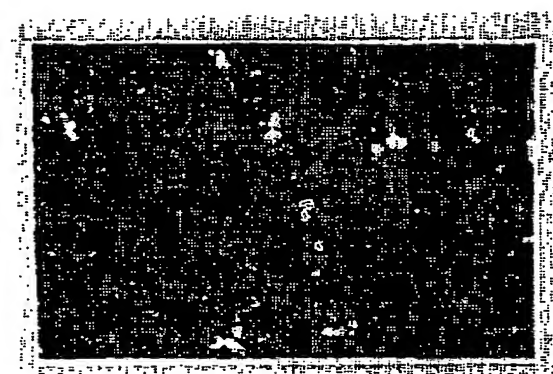
第1図

X 400



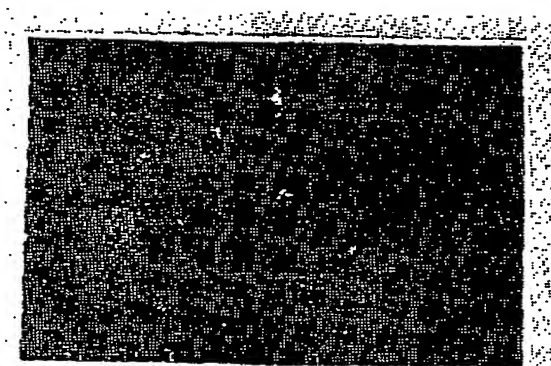
第2図

X 400



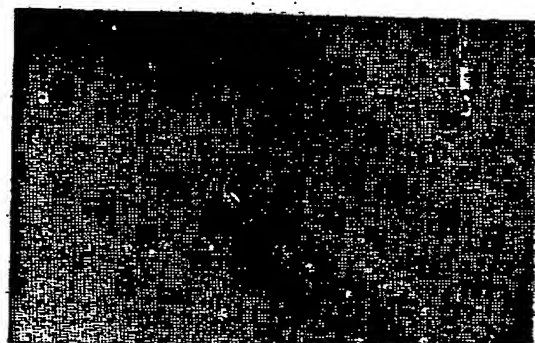
第3図

X 1500



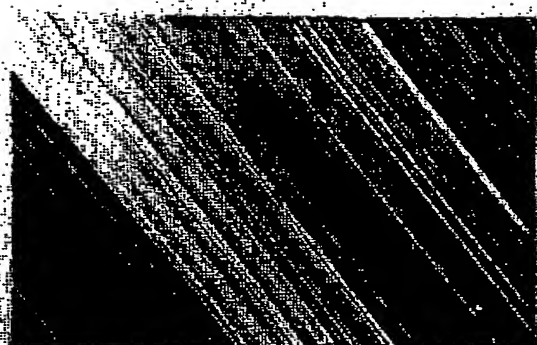
第4図

x500



第5図

x500



第6図

x500



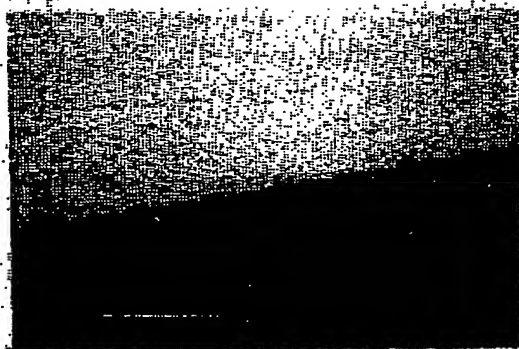
第7図

x150



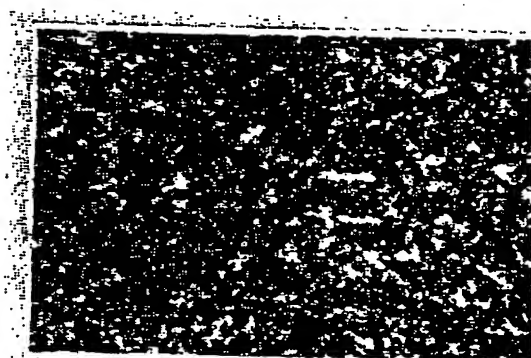
第8図

x200



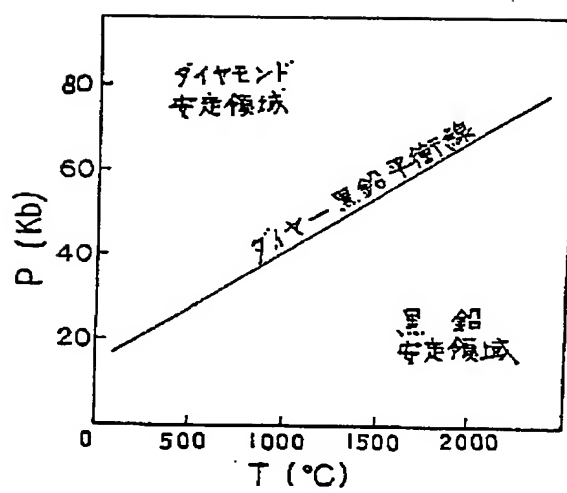
第9図

x500



第 10 図

x1500



第 11 図

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ ~~FADED TEXT OR DRAWING~~
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ ~~GRAY SCALE DOCUMENTS~~
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.